

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of:

Hong *et al.*

Appl. No. *To Be Assigned*

Filed: January 30, 2004

For: **Oxidation Protective Multiple
Coating Method for Carbon/Carbon
Composites**

Confirmation No.

Art Unit: *To Be Assigned*

Examiner: *To Be Assigned*

Atty. Docket: 2236.0080000/JUK/SMW

**Claim For Priority Under 35 U.S.C. § 119(a)-(d)
In Utility Application**

Commissioner for Patents
PO Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

Priority under 35 U.S.C. § 119(a)-(d) is hereby claimed to the following priority document, filed in a foreign country within twelve (12) months prior to the filing of the above-referenced United States utility patent application:

Country	Priority Document Appl. No.	Filing Date
Korea	10-2003-0006385	January 30, 2003

A certified copy of each listed priority document is submitted herewith. Prompt acknowledgment of this claim and submission is respectfully requested.

Respectfully submitted,

STERNE, KESSLER, GOLDSTEIN & FOX P.L.L.C.



Judith U. Kim
Attorney for Applicants
Registration No. 40,679

Date: January 30, 2004

1100 New York Avenue, N.W.
Washington, D.C. 20005-3934
(202) 371-2600



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Intellectual
Property Office.

출원 번호 : 10-2003-0006385
Application Number

출원 년 월 일 : 2003년 01월 30일
Date of Application JAN 30, 2003

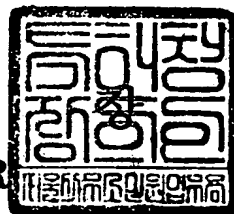
출원인 : 한국과학기술원
Applicant(s) Korea Advanced Institute of Science and Technology



2003 년 05 월 13 일

특 허 청

COMMISSIONER



【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【참조번호】	0006
【제출일자】	2003.01.30
【국제특허분류】	C04B
【발명의 명칭】	탄소 /탄소 복합재료의 내산화 복합코팅방법
【발명의 영문명칭】	Method for Making Oxidation Protective Double Coating for Carbon/Carbon Composite
【출원인】	
【명칭】	한국과학기술원
【출원인코드】	3-1998-098866-1
【대리인】	
【성명】	황이남
【대리인코드】	9-1998-000610-1
【포괄위임등록번호】	2002-072734-5
【발명자】	
【성명의 국문표기】	홍순형
【성명의 영문표기】	HONG, Soon Hyung
【주민등록번호】	531008-1024311
【우편번호】	305-755
【주소】	대전광역시 유성구 어은동 한빛아파트 121동 301호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	배양호
【성명의 영문표기】	BAE, Yang Ho
【주민등록번호】	750628-1357122
【우편번호】	305-701
【주소】	대전광역시 유성구 구성동 373-1 한국과학기술원 재료공학과
【국적】	KR

【발명자】**【성명의 국문표기】**

송지영

【성명의 영문표기】

SONG, Ji Young

【주민등록번호】

791012-2476421

【우편번호】

305-701

【주소】

대전광역시 유성구 구성동 373-1 한국과학기술원 재료공학과

【국적】

KR

【심사청구】

청구

【취지】특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사를 청구합니다. 대리인
황이남 (인)**【수수료】****【기본출원료】**

19 면 29,000 원

【가산출원료】

0 면 0 원

【우선권주장료】

0 건 0 원

【심사청구료】

6 항 301,000 원

【합계】

330,000 원

【감면사유】

정부출연연구기관

【감면후 수수료】

165,000 원

【첨부서류】

1. 요약서·명세서(도면)_1통

【요약서】**【요약】**

본 발명은 탄소/탄소 복합재료에 내산화 특성을 부여하기 위해 내산화 복합코팅층을 형성하는 방법을 개시한다. 이를 위해 제 1측면에 의한 본 발명은 (a) 복합재료상에 팩 시멘테이션 공정에 의한 제 1차 코팅을 수행하는 단계; (b) 상기 제 1차 코팅층 위에 Si를 도포하는 단계; (c) 도포된 Si를 열처리하여 상기 제 1차 코팅층에 형성된 크랙에 함침시키고, SiC 및 Si층을 차례로 형성시키는 단계를 포함하는 탄소/탄소 복합재료의 내산화 복합코팅방법을 포함한다. 또한 제 2관점에 의한 본 발명은 상기 단계 c에서 형성된 Si층을 산화시켜 SiO₂막을 형성시키는 단계를 더 포함하는 탄소/탄소 복합재료의 내산화 복합코팅방법을 포함한다.

【대표도】

도 1

【명세서】

【발명의 명칭】

탄소/탄소 복합재료의 내산화 복합코팅방법 {Method for Making Oxidation Protective Double Coating for Carbon/Carbon Composite}

【도면의 간단한 설명】

도 1은 본 발명의 실시예에 사용된 흑연몰드의 구성도

도 2는 본 발명의 실시예 1에 의해 코팅된 탄소/탄소 복합재료의 단면을 보여주는 전자현미경 사진(2단 코팅층)

도 3은 본 발명의 실시예 9에 의해 코팅된 탄소/탄소 복합재료를 대상으로 산화시험을 수행 한 후의 단면구조를 보여주는 전자현미경 사진(3단 코팅층)

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

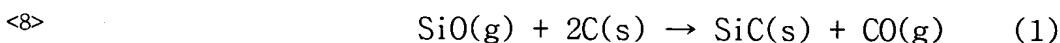
【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

- <4> 본 발명은 탄소/탄소 복합재료에 내산화 특성을 부여하기 위해 내산화 코팅층을 형성하는 방법에 관한 것으로 보다 상세하게는 Si 만을 이용하여 복합재료 상에 2가지 이상의 내산화 코팅층을 형성시킬 수 있고, Si 도포량에 따라 $10\mu\text{m}$ ~ $2,000\mu\text{m}$ 까지 다양한 코팅두께의 제어가 가능한 내산화 코팅방법에 관한 것이다.

<5> 탄소/탄소 복합재료는 높은 열전도도와 낮은 열팽창율을 가지면서 고온에서 높은 강도 및 강성을 가지는 등의 장점을 가지고 있다. 그러나 이러한 장점에도 불구하고, 일반 공기분위기에서 400℃ 이상으로 가열되었을 경우 공기내의 산소와 반응하여 일산화탄소 및 이산화탄소로 산화가 일어나 탄소/탄소 복합재료가 가지고 있는 특성의 저하가 불가피하다. 이러한 단점이 탄소/탄소 복합재료의 사용을 불활성분위기만으로 제한시키기 때문에 응용분야도 축소될 수 밖에 없다.

<6> 현재까지 알려진 탄소/탄소 복합재료의 산화를 방지하기 위한 코팅기술로는 팩 시멘테이션(pack cementation), CVD, 슬러리(Slurry) 등이 있다. 또한 코팅작업시 생성되는 크랙을 줄이기 위하여 단일코팅보다는 2단 이상의 코팅막을 형성하는 기술이 개발되고 있으며, 반응성 및 휘발성을 고려하여 SiC, SiO₂, B₂O₃ 및 ZrO₂ 등의 세라믹계 재료가 코팅재료로써 많이 사용되고 있다.

<7> 이 중에서 팩 시멘테이션 기술은 1960년대 중반 이후 고온용 가스터빈으로 사용되는 초내열합금에 보호코팅을 위한 방법으로 사용되었으며, 탄소/탄소 복합재료에서는 팩의 조성을 변화시켜 SiC 코팅층을 제조하는 방법으로 미국특허 4544412, 4425407, 4976889 및 3095316에 개시된 바 있다. 팩 시멘테이션시 팩의 조성으로는 Al₂O₃, Si 및 SiC가 사용되어지는데 이러한 pack의 조성은 SiO 기체를 증가시켜 탄소/탄소 복합재료에서 다음의 (1)식과 같은 반응을 일으키기 위한 것이다.



- <9> 또한 펙 시멘테이션시 펙의 조성에 보론(boron)을 첨가시켜서 코팅시 보론이 코팅막에 첨가되게 하여 산화능력을 향상시키는 기술이 미국특허 2992960, 3374102, 3672936 및 4119189 등에 개시되어 있다. 특히 미국특허 3935034에 따르면, 보론의 첨가가 증가할수록 산화특성이 향상되지만 1.5 중량%이상으로 증가되면 펙이 소결되어 반응성을 낮추게 될 뿐만아니라, 공업적으로도 펙의 소결 때문에 코팅 후 제품 회수시 문제가 된다고 지적하고 있다. 따라서 적정 보론의 함량을 0.2~1.5 중량%로 규정하고 있다.
- <10> CVD방법은 미국특허 US 4976899, 4425407등에, 위의 (1)식에서 SiO 기체를 만드는 방법으로써 H_2 , CH_3SiCl_3 및 C_4H_{10} 기체를 사용하며, $[H_2]/[CH_3SiCl_3]$ 와 $[C_4H_{10}]/[CH_3SiCl_3]$ 의 비율에 따른 최적조건에 대한 내용이 개시되어 있다.
- <11> 슬러리 코팅방법은 탄소/탄소 복합재료에 액체상태의 Si 및 보론 등을 첨가하여 코팅하는 기술로써 미국특허 3936574에 의하면, 10~35 중량%의 보론을 첨가하여 산화특성을 높였다고 보고하고 있다. 또한 미국특허 4148894에서는 로내의 온도를 1600℃이상으로 유지하여 액체상태인 Si를 탄소/탄소 복합재료에 몰드를 이용해 함침하는 방법으로 Si 및 SiC의 코팅막을 형성시켜 내산화특성을 향상시키고 있다.
- <12> 상기 펙 시멘테이션, CVD 및 슬러리 코팅기술 등의 단일 코팅막 형성 기술 이외에도 펙 시멘테이션과 CVD, 펙 시멘테이션과 슬러리 코팅기술 등과 같이 여러 가지 코팅기

술을 조합하여 코팅시 생성되는 크랙을 줄이는 다단 코팅법이 미국특허 4425407, 4976899등에 개시되어 있다.

- <13> 그러나 상기 종래의 코팅방법들은 모두 코팅층의 고정시 유기물을 사용하거나, 합침시 몰드가 요구되는 등 공정이 번거롭고, 뿐만 아니라 2가지 이상의 코팅층을 형성하기 위해서는 2종 이상의 물질이 요구되고 있다. 또한 열처리 과정에서 요구되는 온도가 대개 1,600℃를 넘게 되어 경제적으로도 바람직하지 못하다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

- <14> 탄소/탄소 복합재료에 요구되는 코팅막은 빠른 기체의 흐름에 대해 과도한 산화를 방지하기 위해 낮은 휘발성을 가져야 하며, 산소가 탄소/탄소 복합재료와 반응하지 못하도록 코팅막이 균일하고 치밀하여야 한다. 또한 탄소/탄소 복합재료의 응용분야가 열처리의 지그(jig)나 미사일의 터빈 등의 고온영역이어서 고온에서의 접촉물질에 대한 반응이 일어나지 않아야 한다. 따라서 위의 특성을 만족시킬 수 있는 코팅재료로써 낮은 휘발성을 가지며, 반응성이 작은 세라믹 재료가 부상하게 되었다. 그러나 일반적인 세라믹 재료의 경우 열팽창계수(CTE)가 수십ppm이나 기지재료인 탄소/탄소 복합재료는 -1~2ppm정도의 낮은 CTE를 갖기 때문에 열충격 저항성이 현저하게 떨어지게 된다. 따라서 고온에서 내산화성을 향상시키기 위해서는, 낮은 휘발성과 CTE를 가지면서, 탄소/탄소 복합재료에 균일하고 치밀한 코팅막이 형성되어야 한다. 또한 단일공정에 의한 코팅공정은 고온공정이므로 냉각시 열팽창계수 차이에 의해서 크랙이 발생할 수 밖에 없다.

- <15> 본 발명의 목적은 단일공정으로 형성된 제 1차 코팅층 상에 탄소/탄소 복합재료 상에 Si 만을 이용하여 2가지 이상의 코팅층을 형성시킬 수 있고, Si 도포량에 따라 $10\mu\text{m}$ ~ $2,000\mu\text{m}$ 까지 다양한 코팅두께의 제어가 가능한 내산화 코팅방법을 제공함에 있다.
- <16> 본 발명의 다른 목적은 추가적인 내산화 코팅공정을 1600°C 이하에서도 수행할 수 있어 경제적이며, Si 함침시에 몰드가 필요없어 전체적인 코팅공정을 간단하게 수행할 수 있는 내산화 코팅방법을 제공함에 있다.
- <17> 본 발명의 또 다른 목적은 낮은 휘발성과 CTE를 가지면서, 균일하고 치밀한 코팅막이 형성되어 내산화 특성이 개선되고, 이로써 일반적인 공기분위기 및 산화분위기에서도 사용이 가능한 2단 이상의 코팅구조를 가지는 탄소/탄소 복합재료를 제공함에 있다.

【발명의 구성 및 작용】

- <18> 상기 과제를 해결하기 위한 제 1관점에서의 본 발명은
- <19> 팩 시멘테이션 공정에 의한 탄소/탄소 복합재료의 내산화 코팅방법에 있어서,
- <20> (a) 복합재료상에 팩 시멘테이션 공정에 의한 제 1차 코팅을 수행하는 단계;
- <21> (b) 상기 제 1차 코팅층 위에 Si를 도포하는 단계;

- <22> (c) 도포된 Si를 열처리하여 상기 제 1차 코팅층에 형성된 크랙에 함침시키고, SiC 및 Si층을 차례로 형성시키는 단계를 포함하는 탄소/탄소 복합재료의 내산화 복합코팅방법을 포함한다.
- <23> 제 2관점에 의한 본 발명은 상기 단계 c에서 형성된 Si층을 산화시켜 SiO₂막을 형성시키는 단계를 더 포함하는 탄소/탄소 복합재료의 내산화 복합코팅방법을 포함한다.
- <24> 상기 구성에 의하면 공지의 팩 시멘테이션 공정에 의해 제 1차 코팅층을 형성하고, 여기에 Si를 함침시켜 제 1차 코팅층에 형성된 크랙부위에 Si가 들어가도록 하여 Si 함침에 따른 더 많은 양의 SiC 코팅층을 형성하고, 크랙의 수도 현저하게 감소시킨다.
- <25> 본 발명의 내용을 보다 상세히 설명하면 다음과 같다.
- <26> 본 발명의 코팅방법이 적용가능한 탄소/탄소 복합재료는 열처리용 지그(Jig) , 고온 구조물 및 고온에서 물건을 고정시키는 볼트 및 너트 등의 파스너 등에 적용되는 재료를 포함한다.
- <27> 팩 시멘테이션 공정에 의한 제 1차 코팅층의 형성은 공지의 방법(미국특허 3935034, O. Paccaud and A. Derre, Chem. Vap. Deposition, no.1, vol.6, p.33, 2000 등)에 의해 수행될 수 있다. 본 발명의 실시예에서는 상기 방법을 이용해 SiC 코팅막을 형성한 예가 개시되어 있으며, 이때 사용된 팩(Pack)은 SiC : Si : SiO₂ = 60 : 30 : 10



의 비율인 것이 이용되었다. 상기 조성의 팩을 균일하게 혼합한 후, 흑연 몰드에 상기 팩과 탄소/탄소 복합재료를 설치하여 제 1차 코팅막을 형성한다.

<28> 탄소/탄소복합재료에 SiC 코팅막이 형성되기 위해서 팩에서 요구되는 SiO 가스가 1500℃에서 서서히 증가하여 1770℃에서 가장 많이 형성되므로 팩 시멘테이션시에 1650℃~1770℃ 온도에서 코팅막을 형성하는 것이 바람직하다. 또한 팩시멘테이션에 의한 코팅시 코팅온도에서의 유지시간은 유지시간이 길어질수록 산화특성이 증가하나 4시간에서 10시간 정도가 바람직하며, 코팅 후 열충격을 최소화하기 위하여 분당 1℃/분~10℃/분으로 냉각하여 열충격에 의한 크랙의 생성을 최소화하는 것이 바람직하다.

<29> Si의 도포에는 공지의 스프레이건을 이용한 스프레이 방법이 이용되어질 수 있다. 도포되어질 분말은 균일한 코팅이 가능하고, 탄소/탄소 복합재료에 함침되기에 적합한 것인 한 특별한 제한을 요하지는 아니한다. 상기 조건을 만족하는 분말로는 바람직하게는 60메쉬~325메쉬의 Si 분말이 있다.

<30> 스프레이 시에 Si 분말을 탄소/탄소 복합재료에 이동시키기 위한 이동액(Vehicle liquid)으로는 특별한 한정을 요하는 것은 아니지만 상온에서의 휘발성이 우수한 용액일수록 좋다. 사용가능한 이동액으로는 알콜류로서 에탄올, 메탄올 등이 있다. 이들 용액

은 상온에서 24시간 정도의 건조과정을 통해 충분히 건조되고, 이에 따라 건조 후의 복합재료 상에는 Si 만이 남게 된다.

<31> Si의 함침과정은 Si의 액상화 과정을 포함한다. 액상화 과정은 복합재료 상에 도포된 Si를 열처리하여 수행되며, 이때 액상화에 요구되는 온도는 $1,600^{\circ}\text{C}$ 이하, 바람직하게는 $1,400\sim 1,600^{\circ}\text{C}$ 가 바람직하다. 이는 기존의 코팅과정에 요구되던 $1,600^{\circ}\text{C}$ 이상의 고온과정을 필요로 하지 않아 매우 경제적이다.

<32> SiC층 및 Si층의 코팅층 형성과정은 액상화에 의한 함침과정이 종료된 후 열처리에 의해 수행되며, 동 과정은 바람직하게는 상기 액상화 과정에서 사용된 온도, 즉 $1,400\sim 1,600^{\circ}\text{C}$ 의 범위에서 수행되는 것으로 충분하다.

<33> 상기 구성에 의해 형성된 복합재료는 탄소/탄소 복합재료의 상부에 SiC층, Si층이 순차적으로 형성된 2중층의 코팅층을 포함하며, 이러한 2중층은 산화특성을 개선시켜 특별한 경우를 제외하고는 사용에 큰 장애가 없다. 탄소/탄소 복합재료가 1700°C 이상 고온의 열처리로(furnace)의 히터(heater)나 지그(jig)로 사용될 때에는 Si에 의한 반응이 문제될 수 있으므로 Si코팅층 상에 SiO_2 막을 형성하는 것이 바람직하다.

<34> SiO_2 막의 형성과정은 Si가 코팅된 탄소/탄소 복합재료를 열처리하는 과정을 포함한다. 열처리 과정은 일반 공기분위기에서 산소의 유입이 쉽게 일어나도록 하여 고온에

서 Si와 산소의 반응이 일어나도록 하기 위해 필요하다. 이때 반응에 요구되는 온도는 특별한 한정을 요하는 것은 아니다. 하지만 온도가 증가할수록 반응은 증가하지만 냉각시에 수축에 의한 크랙(crack)이 생기기 때문에 바람직하게는 400~800℃로 제한함이 좋다.

<35> 상기 공정을 거쳐 얻어지는 탄소/탄소 복합재료의 코팅층은 도 3에 도시한 바와 같이 균일하면서도 치밀하게 형성되고 있음을 확인할 수 있다. 최종 코팅층의 두께는 적용되는 탄소/탄소 복합재료의 요구특성에 따라 도포되는 Si의 함량 조절을 통해 자유로이 선택될 수 있다. 즉, Si 도포량에 따라 10 μ m~2,000 μ m까지의 다양한 코팅두께의 제어도 가능하다.

<36> 이하 본 발명의 내용을 실시예에 의해 보다 상세하게 설명하기로 한다. 다만 이들 실시예는 본 발명의 내용을 이해하기 위해 제시되는 것일 뿐 본 발명의 권리범위가 이들 실시예에 한정되어지는 것으로 해석되어져서는 아니된다.

<37> <실시예 1> 2단 코팅층의 형성

<38> SiC, Si 및 SiO₂ 분말을 6 : 3 : 1의 비율로 준비하여, 볼밀링 방법을 이용하여 균질하게 혼합하였다. 혼합 분말인 팩 파우더를 도 1과 같은 구성의 흑연몰드에 장입시켰다. 장입 후, 고온 열처리로에서 진공분위기를 형성시킨 후 1770℃에서 4시간의 열처리

후 노냉하여 탄소/탄소 복합재료에 SiC 코팅층을 형성시켰다. 이때 SiC 코팅층은 고온에서 펙 파우더에서 생성된 SiO와 탄소/탄소 복합재료의 C와의 반응에 의해 형성된다.

<39> 상기 과정으로 형성된 제 1차 코팅층을 가지는 탄소/탄소 복합재료(어크로스사의 AC150 및 AC200)에 사용할 도포액으로 평균 60메쉬의 직경을 가지는 Si입자 10g을 에탄올 100ml에 혼합한 용액을 준비하였다. 상기 혼합액을 스프레이건에 장입하고, 복합재료의 표면에 균일하게 도포하였다. 도포가 끝난 후 24시간 동안 상온에서 건조하여 에탄올을 휘발시켰다.

<40> Si가 표면에 도포된 복합재료를 1,400℃로 가열하여 Si를 액상화하여 기지내로 함침시키고, 동일한 온도로 계속하여 1시간 가열하여 SiC 및 Si가 순차형성된 코팅층을 얻어냈다 (코팅층 두께: 250 μ m)(도 2).

<41> <실시예 2> 2단 코팅층의 형성

<42> 평균 325메쉬의 직경을 가지는 Si 분말을 도포한 것을 제외하고는 상기 실시예 1에서와 동일한 조건 하에 2단 코팅층을 형성시켰다 (코팅층 두께: 250 μ m).

<43> <실시예 3> 2단 코팅층의 형성

<44> Si가 표면에 도포된 복합재료를 1,600℃로 가열한 것을 제외하고는 상기 실시예 1에서와 동일한 조건 하에 2단 코팅층을 형성시켰다 (코팅층 두께: 230 μ m).

<45> <실시예 4> 2단 코팅층의 형성

<46> Si가 표면에 도포된 복합재료를 1,600℃로 가열한 것을 제외하고는 상기 실시예 2
에서와 동일한 조건 하에 2단 코팅층을 형성시켰다 (코팅층 두께: 230 μ m).

<47> <실시예 5> 3단 코팅층의 형성

<48> 탄소/탄소 복합재료(어크로스사의 AC150 및 AC200)에 평균 60메쉬의 직경을 가지는
Si입자 20g을 에탄올 100ml에 혼합하였다. 상기 혼합액을 스프레이건에 장입하고, 복합
재료의 표면에 균일하게 도포하였다. 도포가 끝난 후 24시간 동안 상온에서 건조하여 에
탄올을 휘발시켰다.

<49> Si가 표면에 도포된 복합재료를 1,400℃로 가열하여 Si를 액상화하여 기지내로 함
침시키고, 동일한 온도로 계속하여 1시간 가열하여 SiC 및 Si가 순차형성된 코팅층을 얻
어냈다.

<50> 그런 다음 추가적으로 400℃에서 6시간 열처리하여 Si층 위에 SiO₂ 산화막을 형성
시켰다 (코팅층 두께: 500 μ m).

<51> <실시예 6> 3단 코팅층의 형성

<52> 평균 325메쉬의 직경을 가지는 Si 분말을 도포한 것을 제외하고는 상기 실시예 5에
서와 동일한 조건 하에 3단 코팅층을 형성시켰다 (코팅층 두께: 500 μ m).

<53> <실시예 7> 3단 코팅층의 형성

- <54> Si가 표면에 도포된 복합재료를 1,600℃로 가열한 것을 제외하고는 상기 실시예 5
에서와 동일한 조건 하에 3단 코팅층을 형성시켰다 (코팅층 두께: 480 μ m).
- <55> <실시예 8> 3단 코팅층의 형성
- <56> Si가 표면에 도포된 복합재료를 1,600℃로 가열한 것을 제외하고는 상기 실시예 6
에서와 동일한 조건 하에 3단 코팅층을 형성시켰다 (코팅층 두께: 480 μ m).
- <57> <실시예 9> 3단 코팅층의 형성
- <58> 800℃에서 1시간 열처리하여 Si층 위에 SiO₂ 산화막을 형성한 것을 제외하고는 상
기 실시예 5에서와 동일한 조건 하에 3단 코팅층을 형성시켰다 (코팅층 두께: 500 μ m)(도
3).
- <59> <실시예 10> 3단 코팅층의 형성
- <60> 평균 325메쉬의 직경을 가지는 Si 분말을 도포한 것을 제외하고는 상기 실시예 9에
서와 동일한 조건 하에 3단 코팅층을 형성시켰다 (코팅층 두께: 500 μ m).
- <61> <실시예 11> 3단 코팅층의 형성
- <62> Si가 표면에 도포된 복합재료를 1,600℃로 가열한 것을 제외하고는 상기 실시예 9
에서와 동일한 조건 하에 3단 코팅층을 형성시켰다 (코팅층 두께: 470 μ m).

<63> <실시예 12> 3단 코팅층의 형성

<64> Si가 표면에 도포된 복합재료를 1,600℃로 가열한 것을 제외하고는 상기 실시예 10
에서와 동일한 조건 하에 3단 코팅층을 형성시켰다 (코팅층 두께: 465 μ m).

<65> <실험예> 산화실험

<66> 코팅처리되지 않은 탄소/탄소 복합재료(대조구)와 본 발명 실시예 9에 의해 얻은
복합재료(실험구)를 700℃에서 산화실험을 수행한 결과 중량손실이 대조구에서 84%인 반
면에, 본 발명의 실험구에서는 3%로써 약 30배 개선되어졌음을 확인할 수 있었다(도 3).
따라서 본 발명에 의해 얻어지는 탄소/탄소 복합재료는 코팅층이 세라믹 코팅으로 되어
있기 때문에 접촉되는 물질과의 반응이 심각히 고려되어야 하는 분야 및 산화분위기에
서도 사용이 가능하여 그 응용의 폭이 매우 광범위하다.

【발명의 효과】

<67> 본 발명의 탄소/탄소 복합재료의 내산화 코팅방법에 의하면 Si 만을 이용하여 복합
재료 상에 2가지 이상의 코팅층을 형성시킬 수 있고, Si 도포량에 따라 10 μ m~2,000 μ m
까지 다양한 코팅두께의 제어가 가능하다. 또한 코팅공정은 1600℃ 이하에서도 가능하므
로 경제적이며, Si 함침시에 몰드가 필요없어 전체적인 코팅공정을 간단하게 수행할 수
있다.

<68> 본 발명에 의해 코팅처리된 탄소/탄소 복합재료는 내산화 특성이 개선되어 일반적
인 공기분위기 및 산화분위기에서도 사용이 가능하다.

【특허청구범위】**【청구항 1】**

팩 시멘테이션 공정에 의한 탄소/탄소 복합재료의 내산화 코팅방법에 있어서,

(a) 복합재료상에 팩 시멘테이션 공정에 의한 제 1차 코팅을 수행하는 단계;

(b) 상기 제 1차 코팅층 위에 Si를 도포하는 단계;

(c) 도포된 Si를 열처리하여 상기 제 1차 코팅층에 형성된 크랙에 함침시키고, SiC 및 Si층을 차례로 형성시키는 단계를 포함하는 탄소/탄소 복합재료의 내산화 복합코팅방법

【청구항 2】

제 1항에 있어서,

단계 c에서 형성된 Si층을 산화시켜 SiO₂막을 형성시키는 단계를 더 포함하는 탄소/탄소 복합재료의 내산화 복합코팅방법

【청구항 3】

제 1항에 있어서,

단계 b에서 Si의 이동액은 휘발성 알콜인 탄소/탄소 복합재료의 내산화 복합코팅방법

【청구항 4】

제 1항에 있어서,

단계 c의 열처리 온도는 1400~1600℃인 탄소/탄소 복합재료의 내산화 복합코팅방법

【청구항 5】

제 2항에 있어서,

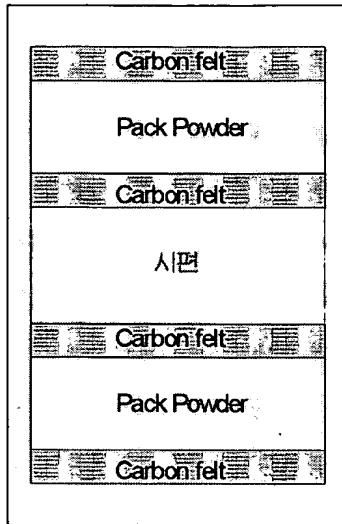
SiO₂막의 형성을 위한 열처리 온도는 400~800℃인 탄소/탄소 복합재료의 내산화
복합코팅방법

【청구항 6】

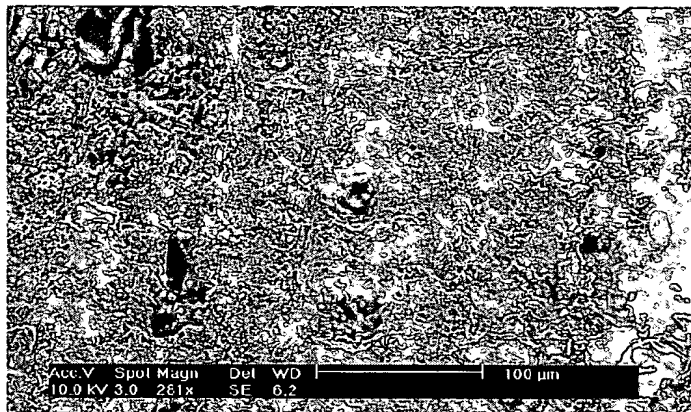
제 1항 또는 제 2항의 방법으로 형성되는 코팅층이 구비된 탄소/탄소 복합재료

【도면】

【도 1】



【도 2】



【도 3】

